

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-287118

(43) 公開日 平成7年(1995)10月31日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 B 5/30				
C 0 8 G 64/08	N Q A			
// C 0 8 J 5/18	C F D			

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平6-81692	(71) 出願人	000003001 帝人株式会社 大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号
(22) 出願日	平成6年(1994)4月20日	(72) 発明者	城 尚志 東京都日野市旭が丘4丁目3番2号 帝人株式会社東京研究センター内
		(72) 発明者	岩田 薫 東京都日野市旭が丘4丁目3番2号 帝人株式会社東京研究センター内
		(74) 代理人	弁理士 前田 純博

(54) 【発明の名称】 位相差フィルム

(57) 【要約】

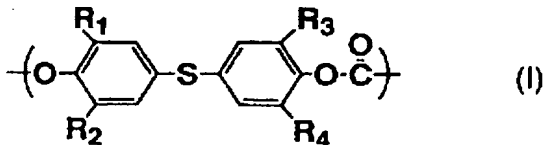
【目的】 光学用途に有用な位相差フィルム、特に液晶表示装置の画像が着色せず、白黒表示を実現する位相差フィルムを提供する。

【構成】 ジフェニルスルフィド構造を有する特定の繰り返し単位を1モル%以上含有するポリカーボネートからなり、波長450nmにおける位相差Re(450)の550nmにおける位相差Re(550)が1.080nm以上である位相差フィルム。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記一般式 (I) で表される繰り返し単位を少なくとも 1 モル%含有してなるポリカーボネートからなり、波長 450 nm における位相差  $R_e(450)$  の 550 nm における位相差  $R_e(550)$  に対する比、 $R_e(450)/R_e(550)$  が 1.080 以上であることを特徴とする位相差フィルム。

## 【化 1】



(式 (I) 中、 $R_1$ 、 $R_2$ 、 $R_3$ 、 $R_4$  はおのおの独立に水素原子または炭素数 1～5 のアルキル基である)

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、液晶などの表示素子、波長板などの光学素子等、光学用途に有用な位相差フィルムに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、実用化が進められている液晶などの表示装置は消費電力が少なく、かつ画像品質に優れている点から注目を浴びている。この液晶表示装置においては、その目的に応じた各種高分子フィルムが偏光板、保護層、位相差板あるいは電極基板などに使用されている。

【0003】 位相差板を構成する位相差フィルムは、液晶表示素子において画像の視認性を向上させるために用いられるものであり、液晶層を透過した楕円偏光を直線偏光に変換する、すなわち位相差を補償する役割を担っている。

【0004】 例えば STN 型液晶表示素子においては、フィルム面内で 400～650 nm の位相差を有する位相差フィルムが使われている。この位相差フィルムの高分子素材として、主に一軸延伸したポリカーボネートやポリビニルアルコール等の各フィルムが用いられている。特にビスフェノール A とホスゲンから得られるポリカーボネート（以下 PC-A と略す）に代表されるポリカーボネートは、耐熱性、各種機械的特性も良好なバランスのとれた無色のポリマーであり、そのフィルムは伸度、機械物性に優れ、かつ成形性や、透明性、光学的特性が極めて良好である。また、溶液流延法により筋や欠陥のない表面均質性の高いフィルムを製造することができ、延伸により所望の位相差のフィルムを得ることも比較的容易である。

【0005】 また、TN 型液晶表示素子においては、面内の位相差は 30 nm 以下、好ましくは 10 nm 以下であり、フィルム面内の屈折率と膜厚方向の屈折率が異なる位相差フィルムが使われている。かかる位相差フィル

ムの高分子素材としても、上述の理由から PC-A が用いられている。

【0006】 ところで、液晶表示素子の応答速度をより高速化する検討が最近盛んに行われており、従来に比べてより複屈折率の大きな液晶材料を液晶表示素子に用いるようになってきた。ところがかかる液晶層の位相差の波長分散は従来のそれと比べて大きいと、従来用いられていたポリカーボネートフィルムでは可視光領域全域で位相差補償が不可能になり、その結果、表示装置の画像が着色するようになってきた。そこで白黒表示の実現のため、液晶層と一致した大きな位相差の波長分散を有する位相差フィルムが求められている。

【0007】 たとえば、芳香族ポリエーテルスルホンフィルムは位相差の波長分散が大きいことが知られており、位相差フィルムへの適応が積極的に検討されている。しかしながら、一般に芳香族ポリエーテルスルホン は溶融押し出し法、特に Tダイ法により製膜されており、Tダイ法固有の問題であるダイラインあるいはフィッシュアイの発生により充分な表面均質性が得られておらず実用化には到っていない。また、単一材料で大きな位相差の波長分散を示すフィルムが得られない場合は、複数のフィルムを光軸を同一にして積層することにより実現できることも知られている。しかしながら、2枚以上のフィルムを使用することはコストアップにつながり、また光軸を制御しながら積層することは技術的に非常に困難である。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、液晶表示装置の画像が着色しない、大きな位相差の波長分散を有するポリカーボネートの位相差フィルムを提供することにある。

## 【0009】

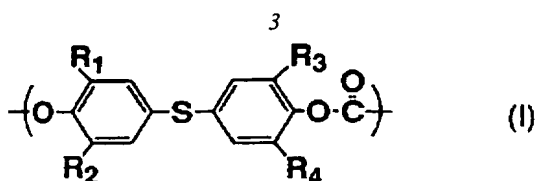
【課題を解決するための手段】 本発明者らは上記課題を解決するために鋭意検討した結果、(1) 主鎖骨格中にジフェニルスルフィド誘導体を有するポリカーボネートからなるフィルムの位相差波長分散が大きいこと、

(2) 該ポリカーボネートが溶媒に高濃度に溶解し、かつその溶液組成物（ドープ）の安定性が優れており、そのドープから白濁を起こさずに透明でかつ光学的に均質である平滑なフィルムを製造できることを見出し本発明に到達した。

【0010】 すなわち本発明は、下記一般式 (I) で表される繰り返し単位を少なくとも 1 モル%含有してなるポリカーボネートからなり、波長 450 nm における位相差  $R_e(450)$  の 550 nm における位相差  $R_e(550)$  に対する比、 $R_e(450)/R_e(550)$  が 1.080 以上であることを特徴とする位相差フィルムである。

## 【0011】

## 【化 2】

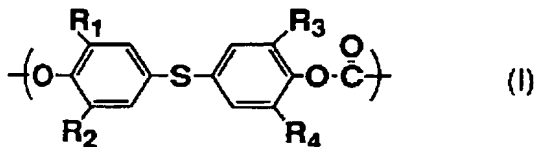


【0012】(式(I)中、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>はおの  
おの独立に水素原子または炭素数1~5のアルキル基で  
ある)

【0013】以下に本発明を詳述する。本発明の位相差  
フィルムは、ポリカーボネートを構成する繰返し単位  
の全量に対して、下記一般式(I)で表される繰返し  
単位を1~100モル%、下記一般式(II)で表される  
繰返し単位を0~99モル%含有するポリカーボネート  
から形成される。

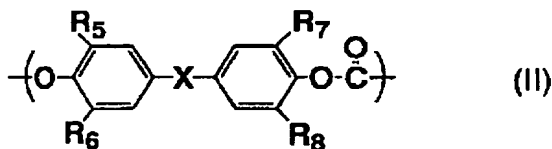
【0014】

【化3】



【0015】

【化4】



【0016】(式(I)中、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R<sub>3</sub>、R<sub>4</sub>は水素  
原子または炭素数1~5のアルキル基である。式(II)  
中、Xは炭素数1~15の2価の炭化水素基であり、R  
5、R<sub>6</sub>、R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>はおのおの独立に、水素原子、臭素原  
子または炭素数1~4の炭化水素基である。)

【0017】ここで式(I)において、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>、R  
3、R<sub>4</sub>がすべて水素原子であるか、あるいはR<sub>1</sub>、R<sub>3</sub>が  
水素原子、R<sub>2</sub>、R<sub>4</sub>がメチル基であることが好ましい。  
式(II)においてXは炭素数1~15の2価の炭化水  
素基であり、炭素数1~15の2価の脂肪族炭化水素  
基、脂環族炭化水素基およびアルアルキレン基から選ば  
れる。具体的にはメチレン基、1,1-エチレン基、2,2-プ  
ロピレン基、4-メチル-2,2-ペンチレン基などの脂肪族  
炭化水素基、1,1-シクロヘキシレン基、3,3,5-トリメチ  
ル-1,1-シクロヘキシレン基などの脂環族炭化水素基、1  
-フェニル-1,1-エチレン基、ジフェニルメチレン基、1,  
1-フルオレニレン基などのアラアルキレン基があげられ  
る。特に好ましくは2,2-プロピレン基、1,1-シクロヘキ  
シレン基である。

【0018】また、R<sub>5</sub>、R<sub>6</sub>、R<sub>7</sub>、R<sub>8</sub>はおのおの独立  
に、水素原子、臭素原子または炭素数1~4の炭化水素  
基であり、好ましくは全てが水素原子であるか、または

全てがメチル基である。

【0019】上記一般式(I)で表される繰返し単位  
は全量に対して1~100モル%含有する。1モル%よ  
り少ないと、波長450nmにおける位相差Re(450)  
の550nmにおける位相差Re(550)に対する比、R  
e(450)/Re(550)が1.080より小さくなり、従来  
のポリカーボネート(PC-A)のそれに近づいてしま  
い、位相差を十分補償することができず好ましくない。  
かかる繰返し単位の含有量は所望する位相差の波長分  
散の大きさに合わせて適宜調節することができる。例え  
ば一般的なポリカーボネートであるPC-Aの位相差の  
波長分散の大きさに比べて少しだけ大きくしたいときは  
1~50モル%にすれば良く、かなり大きくしたいとき  
は50~100モル%にすれば良い。また100℃程度  
の耐熱性を要求される場合には80モル%以下、120  
℃程度の場合には65モル%以下、130℃程度の場合  
には50モル%以下、150℃程度の場合には35モル  
%以下が好ましい。フィルムの色調などの光学特性に対  
する要求が極めて厳しい場合には、1~50モル%、好  
ましくは1~20モル%である。なお、Re(450)/R  
e(550)の上限は、所望の位相差の波長分散の大きさに  
もよるが、実際上は1.130以下、好ましくは1.1  
20以下である。

【0020】本発明の位相差フィルムのポリカーボネー  
トは、ホスゲンを用いた界面縮重合法、あるいは溶融縮  
重合法などの公知の方法により合成されるが、得られる  
ポリマーの着色が少ない点で界面縮重合法が好ましい。

【0021】上記ポリカーボネートの分子量は、GPC  
によるポリスチレン換算数平均分子量(Mn)で10,000  
以上400,000以下であれば好適に用いられる。Mnが10,  
000以下であれば得られるフィルムの機械的強度が不足  
する場合があります、また400,000以上であると溶液流延法  
で製膜する際に用いる溶液組成物(ドープ)の粘度が高  
くなりすぎ取り扱い上困難であるだけでなく溶解が困難  
になる場合がある。特に好ましくは20,000~120,000で  
ある。

【0022】本発明に用いられるポリカーボネートは各  
種溶媒に可溶であり、またその溶液組成物(ドープ)の  
安定性が高いことから、特定の条件下で溶液流延法によ  
り表面平滑性、光学的均一性の良好なフィルムを製膜す  
ることができる。

【0023】溶液流延法で50~200μmの膜厚のフィル  
ムを得るには高濃度のドープが必要である。本発明に用  
いられる上記のポリカーボネートを高濃度に溶解する溶  
媒としては例えばジメチルアセトアミド、ジメチルホル  
ムアミド、ピリジンやN-メチルピロリドン等の極性溶  
媒、ジクロロメタン、クロロホルム、1,1,2,2-テトラ  
クロエタン、1,1,2-トリクロロエタン等のハロゲン系溶  
媒、1,3-ジオキソラン、1,4-ジオキサン、テトラヒド  
フラン等の環状エーテル系溶媒があげられる。これらの

内、好適に用いられるのはハロゲン系および環状エーテル系溶媒であり、さらに好ましくは環状エーテル系溶媒である。極性溶媒は高沸点であるために製膜フィルム内の残留溶媒を容易に下げることができず、製膜用溶媒としては実用的でない。ジクロロメタン等のハロゲン系溶媒は製膜用溶媒として適するが、環境汚染への影響が問題視されており、溶媒回収等の配慮が必要である。環状エーテル系溶媒の内、1,3-ジオキソランは、高濃度溶解性、ドープ安定性、沸点(76℃)、製膜性の上から特に優れている。テトラヒドロフランは、沸点が低く(65℃)乾燥には有利に働くが溶解性、溶液安定性の観点から1,3-ジオキソランの方が優れている。また、1,4-ジオキサンは、1,3-ジオキソラン同様に溶解性が高いが、高沸点(100℃)であるために残留溶媒の点から1,3-ジオキソランの方が優れている。また、ハロゲン系や環状エーテル系溶媒を60重量%以上含有する混合溶媒を用いても良い。使用する他の溶媒としては特に限定はなく、効果を勘案して用いればよい。ここで言う効果とは、溶解性や安定性を犠牲にしない範囲で溶媒を混合することによる、たとえば溶液流延法により製膜したフィルムの表面性の改善(レベリング効果)、蒸発速度や系の粘度調節、結晶抑制効果などである。これらの効果の度合いにより混合する溶媒の種類や添加量を決定すればよく、また混合する溶媒として1種または2種以上用いてもかまわない。好適に用いられる溶媒としてはトルエン、キシレンなどの炭化水素溶媒、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン系溶媒、酢酸エチル、酢酸ブチルなどのエステル系溶媒、エチレングリコールジメチルエーテル、メトキシエチルアセテトなどのエーテル系溶媒があげられる。

【0024】かかるドープの濃度は、該ポリカーボネート10重量部に対して溶媒量が15~100重量部、好ましくは20~90重量部である。溶媒量がこれ以上では溶液の安定性は問題ないが、実行濃度が低いために好ましくないばかりか、この溶液組成物を用いて溶液流延法で製膜した場合溶液粘度が低いために外部擾乱が起きやすく表面平滑性が得られにくく好ましくない。逆に溶媒量がこれ以下では安定な溶液が得にくい。これらの濃度は主として溶液の安定性、溶液粘度を勘案して決定される。

【0025】得られたドープ中に不純物や未溶解物等の不溶物、浮遊物がある場合、あるいはドープにヘイズが認められる場合には、ろ過等の処理によりそれらを取り除かなければならない。かかる処理を実施しないと製膜したフィルムの光学特性を悪化させるだけでなく、調整したドープの保存安定性を低下させるからである。

【0026】本発明の位相差フィルムは、上記ドープを支持基板上に流延した後、加熱して溶媒を蒸発させることにより得ることが好ましい。工業的連続製膜行程は一般に流延行程、乾燥工程、熱処理行程の3行程からな

る。流延行程はドープを平滑に流延する行程であり、乾燥工程は流延したドープから大部分の溶媒を蒸発除去する行程であり、熱処理行程は残りの溶媒を除去する行程である。

【0027】流延行程では、ドクターブレードによる方法、リバースロールコーターによる方法、ダイから押し出す方法などが用いられる。工業的にはダイからドープをベルト状もしくはドラム状の支持基板に連続的に押し出す方法が最も一般的である。用いる支持基板としては特に限定はないが、ガラス基板、ステンレスやフェロタイプなどの金属基板、ポリエチレンテレフタレートなどのプラスチックフィルムなどが用いられる。しかし、本発明の主眼となる高度に光学等方性に優れた均質フィルムを工業的に得るには表面を鏡面仕上げした金属基板が最も一般的に用いられる。

【0028】本発明の位相差フィルムを製造するにあたり、かかるドープの粘度は極めて重要な因子である。かかる粘度はポリカーボネートの濃度、分子量および溶媒の種類に依存するが、好ましい粘度は、300~50,000cpsである。これを越えると溶液の流動性が下がるために平滑なフィルムが得られないことがある。また、それ未満では流動性が高すぎ外部擾乱のために表面の乱れが生じ均質・平滑なフィルムが得られない場合がある。より好ましい粘度は400~30,000cpsである。

【0029】乾燥工程においては、できるだけ短時間に支持基板上に流延されたドープから大部分の溶媒を蒸発除去する必要がある。しかしながら、急激な蒸発が起ると発泡による変形を受けるために、乾燥条件は慎重に選択すべきである。本発明においては、使用する最低沸点、好適にはその沸点-10℃を上限とする範囲で行われる。通常、初期段階では使用する溶媒の沸点より低い温度、たとえば30℃から逐次的あるいは連続的に昇温する方法が取られる。また、必要に応じて風を送ってもよい。一般的には風速は1~20m/秒の範囲が用いられる。それ未満では効果が十分でなく、逆にそれを越えると風の擾乱のために平滑面が得られないために好ましくない。好ましい風速は2~15m/秒である。風速は逐次的ないしは連続的に変化させてもよい。一方、この段階ではフィルムは基板上にあり、この工程の最後に基板から剥離される。その際に残留溶媒量が多いとフィルムが柔らかいためにフィルム内でポリマーの流動変形がおき、また、残留溶媒量が少ないと基板との密着性が高いために応力歪みが生じる。従って残留溶媒量は重要な因子であり、好適には残留溶媒量5~30重量%、さらに好適には10~20重量%の範囲が選択される。

【0030】熱処理行程においては、基板より剥離したフィルムをさらに乾燥し、残留溶媒量を3重量%以下、好ましくは1重量%以下、さらに好ましくは0.5重量%以下にする必要がある。残留溶媒が多いと経時的に変形が起こったり、後加工工程で熱が加わると寸法変化が

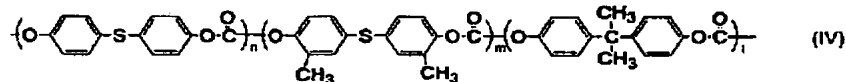
おこる。特に液晶表示装置においては光学的に均質なフィルムが要求されるために重要である。工業的にはピンテンダー方式あるいはロール懸垂方式でフィルムを搬送しながら乾燥する方法が取られる。乾燥温度はフィルムの変形が生じない範囲から選択しなければならない。すなわち、 $(T_g - 100^\circ\text{C}) \sim T_g$  の範囲、好ましくは  $(T_g - 80^\circ\text{C}) \sim (T_g - 10^\circ\text{C})$  の範囲が選ばれる。熱変形は、残留溶媒が少なくなるにつれておきにくくなる。従って、初期に低温で、その後逐次的ないしは連続的に昇温する方法をとることが好ましい。また、乾燥工程と同様に送風してもよい。

【0031】本発明の位相差フィルムの膜厚は、 $10 \sim 300 \mu\text{m}$  の範囲が好ましい。 $300 \mu\text{m}$  より厚いと残留溶媒を除去することが困難であり、また  $10 \mu\text{m}$  より薄いと厚み斑を抑制することが困難である。より好ましい膜厚は  $50 \sim 200 \mu\text{m}$  である。

【0032】本発明の位相差フィルムは、目的用途に応じて所望の位相差にするために延伸を行ってもかまわない。延伸する方法は特に制約はないが周速の異なる2対のロールを用いた縦延伸法、あるいはテンターを用いた横延伸法がある。延伸温度や延伸倍率は所望の位相差を得るために適宜設定されるが、延伸温度は位相差フィルムのガラス転移点より高い温度、延伸倍率は  $1.01 \sim 3.00$  倍の範囲で行えばよい。

#### 【0033】

【発明の効果】本発明によれば、PC-Aより大きな位相差波長分散を示し、かつ表面均質性の良好な位相差フィルムを得ることができる。該フィルムはSTN型液晶、TN型液晶などの表示素子、 $1/4\lambda$ 板、 $1/2\lambda$ \*



#### 【0039】

【表1】

参考例	名称	組成	Mn	ガラス転移点(°C)
1	PC-MeS/Z(8/2)	m:n=8:2	$8.5 \times 10^4$	110
2	PC-MeS/Z(5/5)	m:n=5:5	$8.7 \times 10^4$	137
3	PC-MeS/Z(2/8)	m:n=2:8	$6.9 \times 10^4$	165
4	PC-SSA	1:m:n=2:2:6	$5.8 \times 10^4$	112

【0040】【実施例1～4】上記参考例1～4で得たポリカーボネート(PC-MeS/Z(8/2)、(5/5)、(2/8)、PC-SSA)をジクロロメタンに溶解しそれぞれ11.1%、13.5%、13.5%、10.0%の粘ちょうなドープを調製した。これらのドープは、室温下密閉状態で1週間放置しても変化せず白濁化やゲル化現象は認められなかった。

【0041】かかるドープをドクターブレードを用いてガラス基板上に流延した後、風速1.5mの乾燥機を用い  $30^\circ\text{C}$  で20分、 $50^\circ\text{C}$  で20分、 $80^\circ\text{C}$  で20分乾

\*板などの光学素子など、光学用途に有用な位相差フィルムに好適である。

#### 【0034】

【実施例】以下に、実施例により本発明を詳述する。但し、本発明はこれに限定されるものでない。実施例で行った測定項目は以下の方法で測定した。

【0035】溶液粘度：東京計器(株)製B型粘度計BH型を使用。 $30^\circ\text{C}$  で測定。

可視光領域における全光透過率、ヘイズ値：日本電色工業(株)製自動デジタルヘイズメーターUDH-20Dを使用。

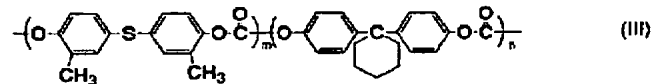
位相差波長分散：日本分光(株)製M-150エリプソメーターを使用。

膜厚：アンリツ(株)製触針式膜厚計により測定した。

【0036】【参考例1～4】通常のプロセグを用いた界面重合法により、下記式(III)で表される繰り返す単位からなる、組成の異なる3種類のポリカーボネート(以下PC-MeS/Zと略す)、および下記式(IV)で表される繰り返す単位からなるポリカーボネート(以下PC-SSAと略す)を合成した。得られた各ポリマーの数平均分子量( $M_n$ )、ガラス転移点を表1に示す。

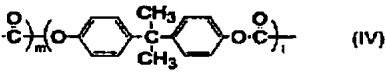
#### 【0037】

#### 【化5】



#### 【0038】

#### 【化6】



燥した後それぞれのフィルムを剥離した。この時点での各フィルム中の残留溶媒量はいずれもほぼ15重量%であった。各フィルムをさらに  $100^\circ\text{C}$  で60分、 $130^\circ\text{C}$  で120分乾燥した。尚、PC-MeS/Z(8/2)およびPC-SSAについては  $130^\circ\text{C}$  での乾燥は実施しなかった。こうして各フィルム中の残留溶媒量が全て1重量%以下である位相差フィルムを得た。

【0042】この各位相差フィルムについて、膜厚、全光透過率、ヘイズ、および波長  $450 \text{ nm}$  における位相

差  $R_e(450)$  の  $550\text{nm}$  における位相差  $R_e(550)$  に対する比、 $R_e(450)/R_e(550)$  を測定した結果を表 2 に示す。

【0043】この表 2 からわかるように、得られた位相差フィルムの各物性はいずれも良好であった。またフィルム表面は発泡、柚肌、波打ち現象がなく均一であった。

【0044】さらにこの位相差フィルムを、それぞれガラス転移点付近の温度にて、フィルムの面内方向に延伸倍率 1.02 で延伸した。得られた各フィルムにおいて

\* 10

＊て、波長  $550\text{nm}$  における位相差  $R_e(550)$  を測定した結果を表 2 に併記した。また波長  $450\text{nm}$  における位相差  $R_e(450)$  の  $550\text{nm}$  における位相差  $R_e(550)$  に対する比、 $R_e(450)/R_e(550)$  を求めたところ、延伸前のそれと変わらなかった。

【0045】〔比較例 1〕帝人化成(株)製ポリカーボネート「C-1400」を用いて実施例 1 と同様にフィルムを作製した。得られた結果を表 2 に示した。

【0046】

【表 2】

実施例	成分	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	全光透過率 (%)	歪み (%)	$R_e(550)$ (nm)	$R_e(450)/R_e(550)$
1	PC-MeS/Z(8/2)	51	87	1.1	28.7	1.093
2	PC-MeS/Z(5/5)	61	89	0.8	27.3	1.091
3	PC-MeS/Z(2/8)	68	89	0.9	29.5	1.088
4	PC-SSA	16	87	1.6	8.9	1.105
比較例 1	C-1400	70	89	0.8	32.5	1.077

【0047】〔実施例 5〕参考例で得たポリカーボネート (PC-MeS/Z(5/5)) を 1,3-ジオキソランに溶解し 13.5% のドープを調製した。これをドクターブレードを用いてガラス基板上に流延した後、風速 1.2m の乾燥機を用い  $30^\circ\text{C}$  で 20 分、 $50^\circ\text{C}$  で 30 分、 $80^\circ\text{C}$  で 60 分乾燥した後フィルムを剥離した。この時点での残留溶媒量はほぼ 15 重量% であった。さらに  $100^\circ\text{C}$  で 120 分、 $130^\circ\text{C}$  で 240 分乾燥し、残留溶媒量が 0.8 重量% である位相差フィルムを得た。この位相差フィルムは透明性が良好であり、表面は発泡、柚肌、波打ち現象がなく均一であった。

【0048】かかる位相差フィルムをさらに  $140^\circ\text{C}$  で、フィルムの面内方向に 1.10 倍延伸した。得られたフィルムは、波長  $550\text{nm}$  における位相差が  $510^\circ$  ※

※  $\text{nm}$ 、波長分散値  $R_e(450)/R_e(550)$  が 1.090 であった。

【0049】このフィルムを STN 型液晶ディスプレイに組み込んだところ、着色のない白黒表示が可能であった。

【0050】〔参考例 5～7〕参考例で得た組成の異なる 3 つのポリカーボネート (PC-MeS/Z(8/2), (5/5), (2/8)) を 1,3-ジオキソラン、1,4-ジオキサン、テトラヒドロフランに溶解しそれぞれ 13.5% のドープを調製した。これらのドープの粘度を表 3 に示した。これらはいずれも透明で、室温下密閉状態で 1 週間放置しても変化せず白濁化やゲル化現象は認められなかった。

【0051】

【表 3】

参考例	成分	1,3-ジオキソラン	1,4-ジオキサン	テトラヒドロフラン
5	PC-MeS/Z(8/2)	6,000	6,900	2,800
6	PC-MeS/Z(5/5)	2,800	3,100	1,000
7	PC-MeS/Z(2/8)	1,800	3,400	1,300

【0052】〔実施例 6～14〕参考例 5～7 で得られた 9 種類の各ドープを、ドクターブレードを用いてガラス基板上に流延した後、風速 1.2m の乾燥機を用い  $30^\circ\text{C}$  で 20 分、 $50^\circ\text{C}$  で 30 分、 $80^\circ\text{C}$  で 60 分乾燥した後フィルムを剥離した。この時点での残留溶媒量はいずれもほぼ 15 重量% であった。さらに  $100^\circ\text{C}$  で 120 分、 $130^\circ\text{C}$  で 240 分乾燥した。尚、PC-MeS/Z(8/

2) については  $130^\circ\text{C}$  での乾燥は実施しなかった。

【0053】このようにして得られた位相差フィルムは残留溶媒量は全て 1 重量% 以下であった。またこのフィルムの表面は発泡、柚肌、波打ち現象がなく均一であり、透明性も良好であった。さらに実施例 1～4 と同様に、波長  $550\text{nm}$  における位相差  $R_e(550)$ 、および  $R_e(450)/R_e(550)$  を評価した。それらの結果を表 4 に示し

た。表4からわかるように、 $Re(450)/Re(550)$ の値  
は1.080~1.100の間に入っている。

【0054】

【表4】

実施例	サンプル	トーフ'に用 いた溶媒	Re(550) (nm)	Re(450)/Re(550)
6	PC-MeS/Z(8/2)	1,3-ジ'オキソラン	5.8	1.081
7	PC-MeS/Z(8/2)	1,4-ジ'オキソラン	7.1	1.094
8	PC-MeS/Z(8/2)	テトラヒト'ロフラン	3.2	1.093
9	PC-MeS/Z(5/5)	1,3-ジ'オキソラン	4.4	1.080
10	PC-MeS/Z(5/5)	1,4-ジ'オキソラン	4.8	1.082
11	PC-MeS/Z(5/5)	テトラヒト'ロフラン	2.3	1.080
12	PC-MeS/Z(2/8)	1,3-ジ'オキソラン	2.1	1.085
13	PC-MeS/Z(2/8)	1,4-ジ'オキソラン	4.1	1.088
14	PC-MeS/Z(2/8)	テトラヒト'ロフラン	1.7	1.085